

REC'D 17 JAN 2001

WIPO PCT

ST/KR 00/01051

RO/KR 28.12.2000

29/3

962

대한민국 특허청

KOREAN INDUSTRIAL PROPERTY OFFICE

KR00/1051

별첨 사본은 아래 출원의 원본과 동일함을 증명함.

This is to certify that the following application annexed hereto
is a true copy from the records of the Korean Industrial
Property Office.

출원번호 : 특허출원 1999년 제 41035 호

Application Number

출원년월일 : 1999년 09월 22일

Date of Application

출원인 : 동부한농화학 주식회사

Applicant(s)

**PRIORITY
DOCUMENT**

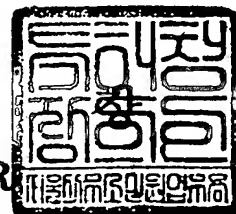
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)



2000 년 12 월 14 일

특 허 청

COMMISSIONER



【서류명】 특허출원서
【권리구분】 특허
【수신처】 특허청장
【참조번호】 0001
【제출일자】 1999.09.22
【국제특허분류】 A01N 25/00
【발명의 명칭】 파라과트 입상수화제 조성물 및 그의 제조방법
【발명의 영문명칭】 Water dispersable granule comprising paraquat dichloride and its manufacturing method

【출원인】
【명칭】 동부한농화학 주식회사
【출원인코드】 1-1998-000857-5

【대리인】
【성명】 신동준
【대리인코드】 9-1998-000285-1
【포괄위임등록번호】 1999-012098-1

【발명자】
【성명의 국문표기】 정봉진
【성명의 영문표기】 CHUNG, Bong Jin
【주민등록번호】 550325-1019242
【우편번호】 431-088
【주소】 경기도 안양시 동안구 갈산동 1092-8번지 201호
【국적】 KR

【발명자】
【성명의 국문표기】 김승호
【성명의 영문표기】 KIM, Seung Ho
【주민등록번호】 530923-1143113
【우편번호】 405-244
【주소】 인천광역시 남동구 만수4동 만수주공아파트 214동 1402호
【국적】 KR

【발명자】
【성명의 국문표기】 정광진
【성명의 영문표기】 CHUNG, Kwang Jin
【주민등록번호】 591225-1240711

【우편번호】	441-390
【주소】	경기도 수원시 권선구 권선동 보성아파트 611동 1008호
【국적】	KR
【발명자】	
【성명의 국문표기】	안병우
【성명의 영문표기】	AN,Byoung Woo
【주민등록번호】	570227-1394628
【우편번호】	441-112
【주소】	경기도 수원시 권선구 세류2동 한주아파트 101동 403호
【국적】	KR
【발명자】	
【성명의 국문표기】	권오연
【성명의 영문표기】	KWON,Oh Yeon
【주민등록번호】	620404-1025610
【우편번호】	445-890
【주소】	경기도 화성군 봉담면 수기리 1-117
【국적】	KR
【발명자】	
【성명의 국문표기】	유홍재
【성명의 영문표기】	Y00,Hong Jae
【주민등록번호】	710305-1057714
【우편번호】	445-960
【주소】	경기도 화성군 정남면 보통리 175-1 동부한농화학 사택 303호
【국적】	KR
【발명자】	
【성명의 국문표기】	권용웅
【성명의 영문표기】	KWON,Yong Woong
【주민등록번호】	410605-1162613
【우편번호】	441-100
【주소】	경기도 수원시 권선구 서둔동 103
【국적】	KR
【심사청구】	청구

【취지】

특허법 제42조의 규정에 의한 출원, 특허법 제60조의 규정에 의한 출원심사를 청구합니다. 대리인
신동준 (인)

【수수료】

【기본출원료】	19 면	29,000 원
【가산출원료】	0 면	0 원
【우선권주장료】	0 건	0 원
【심사청구료】	5 항	269,000 원
【합계】	298,000 원	

【첨부서류】

1. 요약서·명세서(도면)_1통

【요약서】

【요약】

본 발명은 일반적으로 토양에 존재하는 광물질, 특히 증량제로 사용되고 있는 클레이, 벤토나이트, 탈크, 파이로필라이트, 몬몰릴로나이트 등에 강하게 흡착되어 제초활성을 나타내지 못한다고 알려진 비선택성 제초제의 활성성분인 파라콰트 디클로라이드(이하 '파라콰트')를 입상수화제의 형태로 제제함으로써 약제의 안전성을 증진시킬 수 있을 뿐만 아니라 액제, 수화제 등 다른 제형에 비해 약효가 우수한 파라콰트 입상수화제 조성물 및 그의 제조방법에 관한 것이다.

본 발명에 따른 농약 조성물은 5 내지 50 중량%의 파라콰트, 5 내지 30 중량%의 계면활성제, 1 내지 20 중량%의 붕괴촉진제, 잔량으로서의 증량제를 혼합하고 반죽하여 입상수화제로 성형한 후 건조하여 이루어진다.

따라서 본 발명에 의해 피부독성, 흡입독성의 문제를 야기할 수 있는 파라콰트를 입상수화제로 제조함으로써 농약 처리시에 접촉에 의한 피부손상, 호흡기를 통한 호흡기 손상을 방지할 수 있을 뿐만 아니라 고의 또는 과실에 의한 농약 섭취의 가능성을 미연에 예방할 수 있는 조성물을 제공하는 효과가 있다.

【색인어】

파라콰트 디클로라이드, 입상수화제, 증량제, 제초활성

【명세서】

【발명의 명칭】

파라콰트 입상수화제 조성물 및 그의 제조방법 {Water dispersable granule
comprising paraquat dichloride and its manufacturing method}

【발명의 상세한 설명】

【발명의 목적】

【발명이 속하는 기술분야 및 그 분야의 종래기술】

<1> 본 발명은 일반적으로 토양에 존재하는 광물질에 강하게 흡착되어 제초활성을 나타내지 못한다고 알려진 비선택성 제초제의 활성성분인 파라콰트 디클로라이드(이하 '파라콰트'라 한다)의 입상수화제 조성물 및 그의 제조방법에 관한 것으로, 보다 상세하게는 5 내지 50 중량%의 파라콰트, 5 내지 30 중량%의 계면활성제, 1 내지 20 중량%의 붕괴촉진제, 잔량으로서의 증량제를 혼합, 반죽하고 입상제조기를 통해 성형한 후 건조한 파라콰트 입상수화제 조성물 및 그의 제조방법에 관한 것이다.

<2> 현재 제품으로 판매중인 파라콰트 24.5% 액제의 경우, 처리시 약액에 의해 피부가 손상될 수 있고 피부를 통해 흡수 이행할 뿐만 아니라 비산된 약액이 호흡기를 통해 흡수되어 중독될 수 있는 위험이 있었고, 고의 또는 과실에 의해 섭취시, 섭취 후 4시간 이내에 응급조치를 하지 않을 경우 치사하는 경우가 많았다.

<3> 또한 파라콰트의 엽면부착력을 증가시키기 위해 음이온성 계면활성제를 첨가할 경우, 파라콰트와 음이온성 계면활성제간의 응집 또는 침전물이 생성되어 이러한 문제점을 지방족 또는 방향족의 킬레이팅 화합물을 사용하여 개선하고자 하는 시도(미국특허 등록번호

: 5668086호)가 있었으나, 이 또한 상기의 안전성 문제를 야기할 수 있는 문제점이 있었다.

<4> 이러한 안전상의 문제점을 해결하기 위해 액제 이외의 다른 제형으로 개발하고자 하는 시도가 있었으나 파라콰트는 토양에 존재하는 광물질, 특히 중량제로 사용되고 있는 클레이, 벤토나이트, 탈크, 파이로필라이트, 몬몰릴로나이트 등에 강하게 흡착되어 제초활성을 나타내지 못한다고 알려져 타 제형에 대한 개발이 제한되었다.

<5> 이러한 시도의 하나로 분말상의 아미트롤(Amitrole)을 액상의 파라콰트와 혼합하여 수용성 입제로 제조하는 방법(미국특허 등록번호 : 5635445)이 보고되었으나, 이 또한 파라콰트 액제에 비해 약효가 미흡할 뿐만 아니라 두 가지 원제의 합제로 제조함에 따라 원가 상승의 요인이 있었다.

<6> 또한 수화제로 제조하는 연구가 있었으나, 이 경우에도 처리한 분말이 비산되어 호흡기를 통해 흡수될 수 있는 흡입독성의 문제점 및 수화제로 제조시, 파라콰트를 정제하여 사용해야 함으로써 원가 상승의 문제점이 있었다.

<7> 따라서 이러한 여러 문제점을 해결할 수 있고 제초효과가 뛰어나면서도 값싸고 안전한 제형의 개발이 요구되었다.

【발명이 이루고자 하는 기술적 과제】

<8> 본 발명의 목적은, 토양에 존재하는 광물질, 특히 중량제로 사용되고 있는 클레이, 벤토나이트, 탈크, 파이로필라이트, 몬몰릴로나이트 등에 강하게 흡착되어 제초활

성을 나타내지 못한다고 알려진 비선택성 제초제의 활성성분인 파라콰트, 계면활성제, 붕괴촉진제와 증량제를 혼합하여 반죽하고 입상으로 성형한 후 건조하여 입상수화제로 제조함으로써 논둑이나 비농경지의 잡초에 대해 파라콰트 액제 및 수화제에 비해 제초효과가 우수한 입상수화제 및 그의 제조방법을 제공하는데 있다.

<9> 본 발명의 또다른 목적은, 농약 활성성분으로서의 파라콰트, 계면활성제, 붕괴촉진제와 증량제를 혼합하여 입상수화제로 제조함으로써 파라콰트 액제나 수화제에 의해 유발될 수 있는 접촉, 흡입에 의한 중독을 줄일 수 있을 뿐만 아니라 고의 또는 과실에 의한 섭취의 위험을 예방할 수 있는 안전한 농약조성물을 제공하는데 있다.

【발명의 구성 및 작용】

<10> 상기 목적을 달성하기 위한 본 발명에 따른 파라콰트 입상수화제는 5 내지 50 중량%의 파라콰트 디클로라이드, 5 내지 30 중량%의 계면활성제, 1 내지 20 중량%의 붕괴촉진제, 잔량으로서의 증량제를 포함하며, 상기 성분들을 혼합한 후 소량의 물과 함께 반죽하고 조립기 통을 사용하여 성형한 후 건조시킨 형태로 이루어진다.

<11> 상기 농약활성성분인 파라콰트는 약효발현속도가 빠르고 방제할 수 있는 잡초의 영역이 다양한 우수한 제초 활성물질이다.

<12> 상기 계면활성제로는 음이온성 계면활성제, 비이온성 계면활성제가 사용될 수 있다.

<13> 상기 붕괴촉진제로는 황산나트륨(Na_2SO_4), 질산나트륨(NaNO_3), 염화칼륨(KCl), 황산암모늄($(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$), 요소, 폴리비닐 피롤리돈 등이 사용될 수 있다.

<14> 상기 증량제로서는 다이얼라이트, 카올린, 클레이, 화이트카본, 수용성 전분, 탄산칼슘, 벤토나이트, 파이로필라이트, 탈크 등이 사용될 수 있다.

<15> 본 발명에 따른 파라콰트 입상수화제의 제조방법은 1) 상기 농약활성성분으로서의 파라콰트 디클로라이드와 계면활성제, 붕괴촉진제, 잔량으로서의 증량제를 혼합하여 100 중량%로 한 후 0 내지 15 중량%의 물과 함께 10분 내지 1시간 상온에서 반죽하는 반죽단계; 2) 상기 1)의 단계의 생성물을 조립기를 사용하여 입상으로 제조하는 성형단계; 및 3) 상기 2)의 단계의 생성물을 유동층건조기 내 70 내지 150 °C의 온도에서 10분 내지 1시간 동안 건조하는 건조단계;를 포함하여 이루어진다.

<16> 이하 본 발명의 구체적인 실시예를 참조하여 상세히 설명한다.

<17> 본 발명에 따른 파라콰트 입상수화제는 5 내지 50 중량%의 파라콰트 디클로라이드, 5 내지 30 중량%의 계면활성제, 1 내지 20 중량%의 붕괴촉진제, 잔량으로서의 증량제를 포함하며, 상기 성분들을 혼합한 후 소량의 물과 함께 반죽하고 조립기 등을 사용하여 성형한 후 건조시킨 형태로 이루어진다.

<18> 상기 파라콰트 디클로라이드는 직접 대상 논둑 및 비농경지의 잡초를 방제하는 역할을 하는 것으로 1,1'-Dimethyl-4,4'-bipyridyldiylum dichloride의 화학명을 가지는 물질로 이해될 수 있다. 이 파라콰트 디클로라이드의 순도는 10 내지 100%가 될 수 있으며, 이는 상용적으로 제공되는 원료의 공급업체에서의 제형에 따라 적절히 선택하여 사용할 수 있음은 당연히 이해될 수 있는 것이다.

<19> 상기 계면활성제는 계면활성이 큰 물질로서 분자 중에 친수성 및 친유성 분자단을 가진 양친매성 물질로서, 세정력, 분산력, 유화력, 가용화력, 습윤력, 살균력, 기포력 및 침투력 등이 우수하다는 특징을 갖는 것으로 이해되는 물질이며, 본 발명에 따른 유효성분 파라콰트가 효과적으로 약효를 발현하도록 습윤, 붕괴, 분산시키는 작용을 하는 것으로 이해될 수 있다.

<20> 상기 계면활성제로는 알킬(C_{8-12})아릴설포네이트, 디알킬(C_{3-6})아릴설포네이트, 디알킬(C_{8-12})설포석시네이트, 리그닌설포네이트, 나프탈렌설포네이트축합물, 나프탈렌설포네이트포르마린축합물, 알킬(C_{8-12})나프탈렌설포네이트포르마린축합물, 폴리옥시에틸렌알킬(C_{8-12})페닐설포네이트와 같은 설포네이트 화합물의 소듐염 또는 칼슘염, 알킬(C_{8-12})설페이트, 알킬(C_{8-12})아릴설페이트, 폴리옥시에틸렌알킬(C_{8-12})설페이트, 폴리옥시에틸렌알킬(C_{8-12})페닐설페이트와 같은 설페이트 화합물의 소듐염 또는 칼슘염, 폴리옥시알킬렌석시네이트와 같은 석시네이트화합물의 소듐염 또는 칼슘염, 소듐 벤조에이트, 알킬카르복실레이트 등의 음이온성 계면활성제, 폴리옥시에틸렌알킬(C_{8-12})에테르, 폴리옥시에틸렌알킬(C_{8-12})페닐에테르, 폴리옥시에틸렌알킬(C_{8-12})페닐폴리머 에틸렌옥사이드 프로필렌옥사이드 코폴리머와 같은 비이온성 계면활성제가 단독으로 또는 2종 이상 혼합되어 사용될 수 있으며, 이들은 모두 예시적으로 열거한 것들로서, 이들 이외의 다른 계면활성제들도 사용될 수 있음은 당해 기술분야에서 통상의 지식을 갖춘 자에게는 용이하게 이해될 수 있을 것이다.

<21> 상기 붕괴촉진제는 본 발명에 따른 파라콰트 입상수화제의 붕괴, 분산작용을 촉진시키는 역할을 하는 물질로서 황산나트륨(Na_2SO_4), 질산나트륨($NaNO_3$), 염화칼륨(KCl), 황산암모늄($(NH_4)_2SO_4$), 요소, 폴리비닐 피롤리돈 등이 사용될 수 있다.

<22> 상기 증량제는 본 발명에 따른 농약조성물의 충전제의 역할을 하는 것으로 농약 조성물의 형태를 유지할 수 있을 뿐만 아니라 바라는 농약 활성성분의 효과 발현에 보조적인 작용을 하는 물질로서 다이알라이트, 카올린, 클레이, 화이트카본, 수용성 전분, 탄산칼슘, 벤토나이트, 파이로필라이트, 탈크 등이 사용될 수 있으며 이외의 증량제 들도 사용될 수 있음은 당해 기술분야에서 통상의 지식을 갖춘 자에게는 용이하게 이해될 수 있을

것이다.

<23> 이하 본 발명에 따른 파라콰트 입상수화제의 바람직한 실시예 및 비교예들이 기술되어질 것이다. 이하의 실시예들은 본 발명을 예증하기 위한 것으로 본 발명의 범위를 국한시키는 것으로 이해되어져서는 안될 것이다.

<24> 실시예1

<25> 원제 함량 42.5%인 파라콰트 원제 30 중량%, 소듐 나프탈렌설포네이트 포름알데히드 축합물 5 중량%, 에틸렌옥사이드 프로필렌옥사이드 코폴리머 2 중량%, 옥틸나프탈렌설포네이트 5 중량%, 황산암모늄 5 중량%, 잔량으로서의 파이로필라이트를 혼합하여 100 중량%로 한 후, 상기 혼합물 대비 8 중량%의 물을 넣고 반죽하여 조립기를 통해 성형하고 흡기 120℃의 유동층 건조기내에서 30분간 건조하여 제조한 파라콰트 입상수화제를 생물시험 및 이화학적 분석에 사용하였다.

<26> 실시예2

<27> 원제 함량 42.5%인 파라콰트 원제 30 중량%, 소듐 옥틸나프탈렌설포네이트 5 중량%, 에틸렌옥사이드 프로필렌옥사이드 코폴리머 2 중량%, 옥틸벤젠설포네이트 5 중량%, 질산나트륨 5 중량%, 잔량으로서의 파이로필라이트를 혼합하여 100 중량%로 한 후, 상기 혼합물 대비 8 중량%의 물을 넣고 반죽하여 조립기를 통해 성형하고 흡기 120℃의 유동층 건조기내에서 30분간 건조하여 제조한 파라콰트 입상수화제를 생물시험 및 이화학적 분석에 사용하였다.

<28> 실시예3

<29> 원제 함량 42.5%인 파라콰트 원제 40 중량%, 소듐 나프탈렌설포네이트 포름알데히드 축합물 5 중량%, 에틸렌옥사이드 프로필렌옥사이드 코폴리머 2 중량%, 옥틸나프탈렌설포네이트 5 중량%, 황산암모늄 5 중량%, 잔량으로서의 파이로필라이트를 혼합하여 100 중량%로 한 후, 상기 혼합물 대비 8 중량%의 물을 넣고 반죽하여 조립기를 통해 성형하고 흡기 120℃의 유동층 건조기내에서 30분간 건조하여 제조한 파라콰트 입상수화제를 생물시험 및 이화학적 분석에 사용하였다.

<30> 실시예4

<31> 원제 함량 42.5%인 파라콰트 원제 40 중량%, 소듐 옥틸나프탈렌설포네이트 5 중량%, 에틸렌옥사이드 프로필렌옥사이드 코폴리머 2 중량%, 옥틸벤젠설포네이트 5 중량%, 질산나트륨 5 중량%, 잔량으로서의 파이로필라이트를 혼합하여 100 중량%로 한 후, 상기 혼합물 대비 8 중량%의 물을 넣고 반죽하여 조립기를 통해 성형하고 흡기 120℃의 유동층 건조기내에서 30분간 건조하여 제조한 파라콰트 입상수화제를 생물시험 및 이화학적 분석에 사용하였다.

<32> 비교예1

<33> 본 발명에 따라 제조한 각 실시예의 입상수화제와 비교하기 위해 현재 시판되고 있는 파라콰트 24.5% 액제를 구입하여 생물시험에 사용하였다.

<34> 비교예2

<35> 본 발명에 따라 제조한 각 실시예의 입상수화제와 비교하기 위해 현재 시판되고 있는 글라코아 라이포세이트 이소프로필아민 41% 액제를 구입하여 생물시험에 사용하였다.

<36> 피에 대한 약효 확인시험

<37> 각 실시예에 따라 제조한 시제품 및 비교예1 및 비교예2의 제품을 약제처리후 1일, 2일, 4일, 7일, 10일, 14일에 걸쳐 피에 대한 약효를 확인하였다.

<38> 초장이 42cm인 피에 대해 표1과 같이 처리하여 약효를 조사하였다.

<39> **【표 1】**

피에 대한 약효 확인시험 결과		처리후 약효(%)					
구 분	처리량 (/10a)	1일	2일	4일	7일	10일	14일
실시예1	580g	90	95	95	90	85	70
	1160g	96	98	97	94	90	90
실시예2	580g	90	93	94	88	80	73
	1160g	95	96	97	93	88	85
실시예3	435g	93	94	96	90	80	75
	870g	96	98	98	94	92	88
실시예4	435g	92	95	93	90	80	78
	870g	96	96	96	92	90	88
비교예1	300ml	90	94	94	90	77	60
	600ml	95	96	95	88	80	60
비교예2	300ml	5	10	20	70	82	93
	600ml	10	20	30	85	88	97

<40> 상기 시험결과와 같이 각 실시예에 따라 제조한 파라콰트 입상수화제는 기준량, 배량 처리시 비교예1의 파라콰트 액제에 비해 피에 대해 우수한 약효를 보였으며, 5일 이후 피가 재생되는 비율도 적어 약효 지속력에서도 우수한 효과를 나타내었으며, 비교예2의 글

라이포세이트 액제에 비해서도 초기 약효에서 매우 우수한 약효를 나타내었다.

<41> 바랭이에 대한 약효 확인시험

<42> 각 실시예에 따라 제조한 시제품 및 비교예1 및 비교예2의 제품을 약제처리후 1일, 2일, 4일, 7일, 10일, 14일에 걸쳐 바랭이에 대한 약효를 확인하였다.

<43> 초장이 45cm인 바랭이에 대해 표2와 같이 처리하여 약효를 조사하였다.

<44> 【표 2】

구 분	처리량 (/10a)	처리후 약효(%)					
		1일	2일	4일	7일	10일	14일
실시예1	580g	94	98	99	98	88	74
	1160g	96	98	99	99	96	90
실시예2	580g	95	97	98	98	90	73
	1160g	98	98	99	99	98	95
실시예3	435g	96	98	98	99	93	85
	870g	97	98	98	98	92	88
실시예4	435g	94	97	98	96	90	78
	870g	96	99	99	99	97	88
비교예1	300ml	94	96	95	93	87	70
	600ml	95	97	97	96	90	80
비교예2	300ml	10	20	40	75	92	95
	600ml	15	30	50	85	93	99

<45> 상기 시험결과와 같이 각 실시예에 따라 제조한 파라콰트 입상수화제는 기준량, 배량 처리시 비교예1의 파라콰트 액제에 비해 바랭이에 대해 우수한 약효를 보였으며, 약효 지속력도 우수하였으며, 초기 방제가에서도 94% 이상으로 아주 우수한 효과를 나타내었다.

<46> 망초에 대한 약효 확인시험

<47> 각 실시예에 따라 제조한 시제품 및 비교예1 및 비교예2의 제품을 약제처리후 1일, 2일,

4일, 7일, 10일, 14일에 걸쳐 망초에 대한 약효를 확인하였다.

<48> 초장이 12cm인 망초에 대해 표3과 같이 처리하여 약효를 조사하였다.

<49> 【표 3】

망초에 대한 약효 확인시험 결과		처리후 약효(%)					
구 분	처리량 (/10a)	1일	2일	4일	7일	10일	14일
실시예1	580g	85	88	90	85	80	70
	1160g	86	88	92	90	85	77
실시예2	580g	80	88	88	88	78	68
	1160g	85	90	92	88	84	75
실시예3	435g	85	90	90	90	85	70
	870g	90	92	93	94	92	80
실시예4	435g	85	89	89	90	86	72
	870g	90	90	90	89	85	80
비교예1	300ml	80	86	85	85	76	65
	600ml	90	90	89	88	88	70
비교예2	300ml	10	20	30	40	70	73
	600ml	10	25	45	60	82	83

<50> 상기 시험결과와 같이 각 실시예에 따라 제조한 파라콰트 입상수화제는 기준량, 배량 처리시 비교예1의 파라콰트 액제에 비해 망초에 대해 우수한 약효를 보였으며, 망초의 재생율도 비교예1의 약제에 비해 적어 우수한 약효지속효과를 나타내었으며, 각 실시예에 따라 제조한 약제는 초기 약효에서도 비교예의 약제에 비해 매우 우수한 약효를 나타내었다.

<51> 쑥에 대한 약효 확인시험

<52> 각 실시예에 따라 제조한 시제품 및 비교예1 및 비교예2의 제품을 약제처리후 1일, 2일, 4일, 7일, 10일, 14일에 걸쳐 쑥에 대한 약효를 확인하였다.

<53> 초장이 20cm인 쑥에 대해 표4와 같이 처리하여 약효를 조사하였다.

<54> 【표 4】

썩에 대한 약효 구 분	확인시험 결과 처리량 (/10a)	처리후 약효(%)					
		1일	2일	4일	7일	10일	14일
실시예1	580g	86	95	96	92	87	80
	1160g	90	98	100	95	90	85
실시예2	580g	85	93	97	93	88	83
	1160g	88	96	99	94	90	86
실시예3	435g	86	96	96	90	85	80
	870g	90	98	100	96	91	86
실시예4	435g	86	93	96	91	86	81
	870g	88	96	100	95	90	85
비교예1	300ml	85	90	93	89	84	76
	600ml	88	92	95	90	85	80
비교예2	300ml	5	5	20	40	70	92
	600ml	5	10	25	60	85	99

<55> 상기 시험결과와 같이 각 실시예에 따라 제조한 파라콰트 입상수화제는 기준량, 배량 처리시 비교예1의 파라콰트 액제에 비해 썩에 대해 우수한 약효를 보였으며, 14일차 약효 조사에서도 썩의 재생율이 파라콰트 액제에 비해 매우 낮아 우수한 약효 지속효과를 나타내었다.

<56> 깨풀에 대한 약효 확인시험

<57> 각 실시예에 따라 제조한 시제품 및 비교예1 및 비교예2의 제품을 약제처리후 1일, 2일, 4일, 7일, 10일, 14일에 걸쳐 깨풀에 대한 약효를 확인하였다.

<58> 초장이 15cm인 깨풀에 대해 표5와 같이 처리하여 약효를 조사하였다.

<59>

【표 5】

깨풀에 대한 약효 확인시험 결과		처리후 약효(%)					
구 분	처리량 (/10a)	1일	2일	4일	7일	10일	14일
실시예1	580g	80	90	95	100	100	98
	1160g	86	94	100	100	100	99
실시예2	580g	82	93	95	99	100	97
	1160g	85	96	97	100	100	100
실시예3	435g	83	89	96	100	100	96
	870g	86	98	100	100	100	99
실시예4	435g	82	90	95	100	100	97
	870g	86	96	96	100	100	100
비교예1	300ml	80	90	96	100	100	95
	600ml	85	96	98	100	100	97
비교예2	300ml	0	0	8	20	30	40
	600ml	0	0	10	25	40	50

<60> 상기 시험결과와 같이 각 실시예에 따라 제조한 파라콰트 입상수화제는 기준량, 배량 처리시 비교예1의 파라콰트 액제에 비해 깨풀에 대해 우수한 방제효과를 나타내었으며, 약효조사 14일차에도 재생되는 깨풀은 거의 없었다.

<61> 장기 보관시 약효 안정성 확인시험

<62> 장기 보관에 따른 파라콰트 입상수화제의 약효저하여부를 점검하기 위해 일정 기간동안 보관중인 시료를 피에 대해 약효시험을 수행하였다.

<63> 각 실시예에 따라 제조한 시제품 및 비교예1의 제품을 제제직후, 1개월, 2개월, 3개월, 6개월, 1년간 보관후 보관중인 약제를 표6과 같이 처리한 후 다음날 1일차 약효조사를 수행하였다.

<64>

【표 6】

장기보관후 약효 확인시험 결과		장기보관후 채취시료의 약효(%)				
구 분	처리량 (/10a)	제제직후 시료	1개월차 시료	2개월차 시료	6개월차 시료	1년차 시료
실시예1	580g	90	92	88	91	89
실시예2	580g	91	90	89	91	92
실시예3	435g	89	88	90	98	91
실시예4	435g	92	87	90	90	88
비교예1	300ml	89	90	91	90	87

<65> 상기 표6과 같이 상기 실시예와 같이 제조한 파라콰트 입상수화제는 장기보관후에도 피에 대한 약효에서 비교예의 약제와 같이 우수한 약효를 발현하여 장기저장시에도 약효발현에 문제없는 제조방법을 제공하는 효과가 있었다.

<66> 저장 안정성 시험

<67> 각 실시예에 따라 제조한 시제품의 저장안정성을 확인하기 위하여 15℃, 50℃에서의 경시변화시험을 수행하였다.

<68> 【표 7】

파라콰트 입상수화제의 저장안정성 시험결과		원제함량(%)					
구 분	저장온도	제제직후	2주	4주	8주	16주	32주
실시예1	15℃	12.8	12.8	12.8	12.8	12.8	12.8
	50℃	12.8	12.8	12.8	12.7	12.7	12.6
실시예2	15℃	12.8	12.8	12.8	12.8	12.8	12.8
	50℃	12.8	12.8	12.8	12.8	12.7	12.7
실시예3	15℃	17.0	17.0	17.0	17.0	17.0	17.0
	50℃	17.0	16.9	16.9	16.9	16.9	16.7
실시예4	15℃	17.0	17.0	17.0	17.0	17.0	17.0
	50℃	17.0	17.0	17.0	16.9	16.8	16.8

<69> 상기 시험결과와 같이 본 발명에 따라 제조한 파라콰트 입상수화제는 50℃ 학대 경변시험결과에서 32주 보관시에도 2% 미만의 원제만이 분해되어 장기 보관시에도 안정된 조성물을 제공하는 효과가 있었다.

<70> 이상의 시험결과와 같이 본 발명에 따른 파라콰트 입상수화제는 피, 바랭이, 망초, 쭉쭉, 개풀에 대해 약효가 우수할 뿐만 아니라 피, 바랭이, 망초와 같이 재생력이 뛰어난 잡초에 대해서도 잡초 재생율이 낮은 조성물을 제공하는 효과가 있었으며, 장기저장시에도 피에 대한 약효 및 유효성분 안정성에도 문제가 없는 조성물을 제공할 수 있었다.

【발명의 효과】

<71> 따라서, 본 발명에 의하면 일반적으로 토양에 존재하는 광물질, 특히 증량제로 사용되고 있는 클레이, 벤토나이트, 탈크, 파이로필라이트, 몬몰릴로나이트 등에 강하게 흡착되어 제초활성을 나타내지 못한다고 알려진 비선택성 제초제의 활성성분인 파라콰트 디클로라이드와 증량제를 혼합, 반죽하고 성형한 후 건조하여 제조한 파라콰트 입상수화제 및 그의 제조방법에 관한 것으로 본 발명에 따라 입상수화제로 제조함으로써 기존의 액제 및 수화제의 취급 및 사용시 발생될 수 있는 접촉 또는 흡입에 의한 중독의 위험성을 방지할 수 있을 뿐만 아니라 고의 또는 과실에 의한 약제 섭취에 따른 약제중독의 가능성을 제거한 조성물을 제공하는 효과가 있다.

<72> 또한 본 발명에 따라 파라콰트 입상수화제를 제조하더라도, 장기 보관 후 약제의 효과가 유지되어 논둑이나 비농경지의 잡초를 효과적으로 방제할 수 있을 뿐만 아니라 파라콰트 액제의 특성인 속효성을 유지하여 처리후 3일 만에 잡초를 고사시킬 수 있는 조성물을 제공하는 효과가 있다.

<73> 이상에서 본 발명은 기재된 구체예에 대해서만 상세히 설명되었지만 본 발명의 기술사상 범위 내에서 다양한 변형 및 수정이 가능함은 당업자에게 있어서 명백한 것이며, 이러한 변형 및 수정이 첨부된 특허청구범위에 속함은 당연한 것이다.

【특허청구범위】**【청구항 1】**

5 내지 50 중량%의 파라콰트 디클로라이드, 5 내지 30 중량%의 계면활성제, 1 내지 20 중량%의 붕괴촉진제, 잔량으로서의 증량제를 포함하며, 상기 성분들을 혼합한 후 소량의 계면활성제와 물과 함께 반죽하고 조립기 등을 사용하여 성형한 후 건조시킨 형태로 이루어짐을 특징으로 하는 파라콰트 입상수화제.

【청구항 2】

제 1 항에 있어서,

상기 계면활성제로는 음이온성 계면활성제, 비이온성 계면활성제가 사용됨을 특징으로 하는 파라콰트 입상수화제.

【청구항 3】

제 1 항에 있어서,

상기 붕괴촉진제로는 황산나트륨(Na_2SO_4), 질산나트륨(NaNO_3), 염화칼륨(KCl), 황산암모늄($(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$), 요소, 폴리비닐 피롤리돈 등이 사용됨을 특징으로 하는 파라콰트 입상수화제.

【청구항 4】

제 1 항에 있어서,

상기 증량제로서는 다이알라이트, 카올린, 클레이, 화이트카본, 수용성 전분, 탄산칼슘, 벤토나이트, 파이로필라이트, 탈크 등이 사용됨을 특징으로 하는 파라콰트 입상수화제.

【청구항 5】

1) 상기 파라콰트와 잔량으로서의 증량제를 혼합하여 이 혼합물 대비 1 내지 15 중량%의 물과 함께 10분 내지 1시간 동안 상온에서 반죽하는 반죽단계;

2)의 상기 1)의 단계의 생성물을 조립기를 사용하여 입상으로 제조하는 성형단계; 및

3) 상기 2)의 단계의 생성물을 유동층건조기내 70 내지 150℃의 온도에서 10분 내지 1시간 동안 건조하는 건조단계;

를 포함하여 이루어짐을 특징으로 하는 파라콰트 입상수화제의 제조방법.